

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

GERMAN DEMOCRATIC REPUBLIC

PATENT SPECIFICATION

(12) Industrial Patent

(19) **DD** (11) **234 941 A1**

Issued in accordance with §17,
Paragraph 1, German Patent Act

4(51) G 01 N 31/10

OFFICE FOR INVENTIONS AND PATENTS

Published in the version submitted by applicant

(21) WP G 01 N / 273 633 6

(22) February 28, 1985

(44) April 16, 1986

(71) VEB Leuna-Werke "Walter Ulbricht," 4220 Leuna 3, DD

(72) Schödel, Rainer, Dr. Dipl.-Chem.; Keck, Michael, Dipl.-Chem.; Neumann, Ulrich,
Dipl.-Chem., DD

(54) Method and system for determining catalyst activity

(57) Method and system for determining catalyst activity in reactions with low heats of reaction, for the purpose of reducing the cost of catalytic testing of catalysts. The object of developing the method and system for providing reliable parameters at low cost is achieved by loading seven to ten reaction tubes, connected in parallel and heated in a radiant heating oven, with 0.05 to 3 g catalyst sample, adjusting the gas flow rates in a range of 2 to 30 L/hr in the reaction tubes using throttles connected in parallel, metering the substrate to be reacted into the central purified gas stream leading to the flow controllers, simultaneously taking the sample using the sampler in a sampling system which is connected to the reaction tube outlets, successively metering the samples into the gas chromatograph, and controlling the temperature of the radiant heating oven using thermocouples situated in the catalyst charges of at least three reaction tubes. The voltages of the thermocouples are supplied by a rotating tapper to the setpoint generator for controlling the temperature of the radiant heating oven. The system comprises seven to ten reaction tubes connected in parallel. A throttle is situated in front of the inlet to each reaction tube. A substrate dosing site with subsequent mixing vessel is integrated into the central gas supply line which leads into the throttles which are connected in parallel. Each reaction tube outlet is coupled to a sampler of a sampling system for the gas chromatograph, comprising seven to ten samplers connected in parallel. The reaction tubes are placed in a radiant heating oven. At least three of the seven to ten reaction tubes contain a thermocouple. The thermocouples are intermittently connected by means of a rotating tapper to the setpoint generator for controlling the temperature of the radiant heating oven.

ISSN 0443-6461

3 Pages

Claims:

1. Method for determining catalyst activity in reactions with low heats of reaction, using integral flow reactors in the temperature range of 293 to 993K following prior catalyst activation, characterized in that seven to ten reaction tubes, connected in parallel and heated in a radiant heating oven, are loaded with 0.05 to 3 g of the various catalyst samples, the gas flow rates are adjusted in a range of 2 to 30 L/hr in the reaction tubes using throttles connected in parallel, the substrate to be reacted is metered into the central purified gas stream leading to the flow controllers, the sample is simultaneously taken using the sampler in a sampling system which is connected to the reaction tube outlets, the samples are successively metered into the gas chromatograph, the temperature of the radiant heating oven is and controlled using thermocouples situated in the catalyst charges of at least three reaction tubes, and the voltages are successively supplied to the thermocouples in the reaction tubes, using a rotating tapper, to the setpoint generator for controlling the temperature of the radiant heating oven, the transmission time for each thermocouple being 1.5 to 4 seconds.
2. System for determining catalyst activity, characterized in that seven to ten reaction tubes are connected in parallel, a throttle is situated in front of each reaction tube inlet, a substrate dosing site with subsequent mixing vessel is integrated into the central gas supply line leading into the throttles which are connected in parallel, each reaction tube outlet is connected to a sampler of a sampling system for the gas chromatograph, comprising seven to ten samplers connected in parallel, the reaction tubes are placed in a radiant heating oven, and that a thermocouple projects into at least three of the seven to ten reaction tubes, and the thermocouples are intermittently connected by means of a rotating tapper to the setpoint generator for controlling the temperature of the radiant heating oven.

Field of Application of the Invention

The invention relates to a method and a system for determining the catalytic activity of test catalysts and commercial catalysts, for the purpose of quality control and preparation for use of the catalysts in production units with low heats of reaction.

Characterization of the Known Technical Approaches

Testing of the catalytic activity of catalysts using microreactor technology in laboratories and pilot plants has been known for some time. In many cases the microreactors are connected to gas chromatographs which analyze the reaction products. The use of such microreactor technology has been reported by E. Bayer (Angew. Chemie 69, 732 (1957)). This method is known from US Patent 2,905,539. In the catalytic tests the activity of the catalysts is tested as a function of temperature, pressure, gas composition, and other test parameters. The use of multitube reactors for many heterogeneously catalyzed reactions on the commercial scale is also known. The reaction components enter one end of the multitube reactor in gaseous form and flow through the individual tubes in which the catalyst is situated. The starting materials are converted, and the gaseous reaction products exit at the reactor outlets and collectively leave the reactor unit.

Federal Republic of Germany Unexamined Patent Application 2 714 939 makes use of a commercial multitube reactor for testing the catalytic activity of catalysts by filling a tube with test catalyst, and collecting and analyzing the gaseous reaction product that exits the tube. This method has only limited use for solving screening problems and for quality control of commercial catalysts, since the catalyst samples are very costly, and it is not possible to precisely control the temperature. Furthermore, this method as well as the customary test devices have the disadvantage that the expenditure of time, material, and energy is relatively high.

Object of the Invention

The object of the invention is a method and a system for determining the catalytic activity of catalysts in reactions with low heats of reaction, for the purpose of quality control and preparation for use of the catalysts in production units at low cost.

Explanation of the Essence of the Invention

The object of the invention is to develop a method and a system for determining the activity of catalysts in reactions with low heats of reaction, which allow reliable and meaningful parameters for the catalytic activity of test and commercial catalysts to be obtained with a minimum expenditure of time, energy, and material.

This object is achieved by a method for determining catalyst activity in reactions with low heats of reaction, using integral flow reactors in the temperature range of 293 to 993K following prior catalyst activation, by loading according to the invention seven to ten reaction tubes, connected in parallel and heated in a radiant heating oven, with 0.05 to 3 g of the various catalyst samples, adjusting the gas flow rates in a range of 2 to 30 L/hr in the reaction tubes using throttles connected in parallel, metering the substrate to be reacted into the central purified gas stream leading to the flow controllers, simultaneously taking the sample using the sampler in a sampling system which is connected to the reaction tube outlets, successively metering the samples into the gas chromatograph, and controlling the temperature of the radiant heating oven using thermocouples situated in the catalyst charges of at least three reaction tubes, and by successively supplying the voltages in the reaction tubes, using a rotating tapper, to the setpoint generator for controlling the temperature of the radiant heating oven, the transmission time for each thermocouple being 1.5 to 4 seconds. This object is further achieved according to the invention by a system for determining catalyst activity by connecting seven to ten reaction tubes in parallel and situating a throttle in front of each reaction tube inlet, and integrating a substrate dosing site with subsequent mixing vessel into the central gas supply line leading into the throttles which are connected in parallel, connecting each reaction tube outlet to a sampler of a sampling system for the gas chromatograph, comprising seven to ten samplers connected in parallel, and

placing the reaction tubes in a radiant heating oven. A thermocouple projects into at least three of the seven to ten reaction tubes, and the thermocouples are intermittently connected by means of a rotating tapper to the setpoint generator for controlling the temperature of the radiant heating oven. Surprisingly, it was found that the short-term successive temperature control of at least three of the seven to ten reactors resulted in a constant temperature so that, using the system according to the invention, reproducible catalytic characteristics were obtained in the testing of catalysts in reactions with low heats of reaction.

It is essential for the invention that the flow rate in each individual reaction tube is separately adjustable. In addition, for the successful use of the system according to the invention it is essential that each reactor outlet of the seven to ten reactors is connected to one sampler each, the samplers being coupled to one another and to the gas chromatograph in such a way that the sampling can occur simultaneously and the metering into the gas chromatograph can occur successively. It is also very important that a radiant heating oven be used as the oven. The principle of the test system can be used for catalytic tests at standard pressure as well as for tests at elevated pressure. The gas changeovers and the sample metering can be performed manually or automatically. In the preferred embodiment of the system according to the invention, the gas changeovers and metering are performed automatically. A microcomputer-supported evaluation unit for determining the quantitative composition of the reaction products is set in operation when the metering process is started. The invention is described in greater detail with reference to an exemplary embodiment.

Exemplary Embodiment

The eight individual reactors of the multireactor unit were loaded with the chlorinated Pt- Al_2O_3 test catalysts A, B, C, D, E, F, G, and H, 250 mg of catalyst being weighed out. The catalysts were heated under hydrogen flow in a radiant heating oven temperature-programmed to 300°C, and were heated at this temperature for 1 hour. An n-hexane-hydrogen mixture was then led at this temperature through the catalyst layer. The catalyst load was 1.1 g n-hexane/g catalyst-hour at an H_2 /n-hexane mole ratio of 12:1.

This mixture was produced by injecting n-hexane into the central hydrogen line, using a microdosing apparatus. A mixing vessel was situated downstream from the injection site. The outlet of the mixing vessel led to a gas distributor to which eight flow-controlled throttles were connected. The gas pressure in the lines leading up to the throttles was 0.2 MPa. The eight reactors were connected to the flow-controlled throttles via plungers. For measuring and controlling the temperature in the reactors, a thermocouple projected into the catalyst layer in each of the reactors 1, 3, 5, and 7. The temperature in the reactors was controlled in such a way that the thermoelectric voltages of the thermocouples for the four reactors were supplied by means of rotating tappers to the setpoint generator for controlling the temperature of the radiant heating oven, the measuring time for each thermocouple being 2 seconds. After a reaction time of 60 minutes the sampling system was used to take a simultaneous sample at the eight reactor outlets. The samples were then automatically supplied in succession to the gas chromatograph for analysis of the reaction products.

The results are presented in Table 1.

Table 1

Catalytic characteristic data for the Pt-Al₂O₃ catalysts characterized by the exemplary embodiment

Catalyst	n-Hexane conversion in mol%	Selectivity of 2,2-dimethylbutane formation in mol%
A	22.4 ± 0.5	6.0 ± 0.3
B	38.9 ± 0.8	12.5 ± 0.4
C	36.2 ± 0.9	11.8 ± 0.2
D	44.5 ± 1.6	15.7 ± 0.4
E	18.6 ± 0.6	8.4 ± 0.3
F	36.9 ± 1.1	12.8 ± 0.6
G	28.5 ± 0.3	10.4 ± 0.3
H	31.2 ± 0.4	10.9 ± 0.5

The results indicate that reliable data are obtained quickly and at low cost using the system according to the invention.



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N / 273 633 6

(22) 28.02.85

(44) 16.04.86

(71) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, 4220 Leuna 3, DD

(72) Schödel, Rainer, Dr. Dipl.-Chem.; Keck, Michael, Dipl.-Chem.; Neumann, Ulrich, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren und Anordnung zur Katalysatoraktivitätsbestimmung

(57) Verfahren und Anordnung zur Katalysatoraktivitätsbestimmung in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen mit dem Ziel, den Kostenaufwand für die katalytische Prüfung von Katalysatoren zu verringern. Die Aufgabe, Verfahren und Anordnung zu entwickeln, die mit geringem Aufwand zuverlässige Kenngrößen liefern, wird gelöst, indem man sieben bis zehn parallelgeschaltete und in einem Strahlungssofen beheizte Reaktionsrohre mit 0,05 bis 3 g Katalysatorprobe beschickt, die Gasströmungsgeschwindigkeiten von 2 bis 30 l/h in den Reaktionsrohren mit parallelgeschalteten Drosseln einstellt, das umzusetzende Substrat in die zentrale, zu den Strömungsreglern führende, gereinigte Gasströmung zudosiert, die Probenahme mittels der an den Reaktionsrohrausgängen gekoppelten Probegeber eines Probegebersystems gleichzeitig vornimmt, die Proben nacheinander dem Gaschromatographen zudosiert und die Temperatursteuerung des Strahlungssofens über in den Katalysatorschüttungen von mindestens drei Reaktionsrohren angeordneten Thermoelemente vornimmt. Die Spannungen der Thermoelemente werden mit einem rotierenden Abgreifer dem Sollwertgeber der Temperatursteuerung des Strahlungssofens zugeleitet. Die Anordnung besteht aus sieben bis zehn parallelgeschalteten Reaktionsrohren. Vor den Reaktionsrohrreingängen ist jeweils eine Drossel angeordnet. In die zu den parallelgeschalteten Drosseln führende zentrale Gasversorgungsleitung ist eine Substratdosierstelle mit nachfolgendem Mischgefäß eingebunden. Jeder Reaktionsrohrausgang ist mit einem Probegeber eines Probegebersystems für den Gaschromatographen, bestehend aus sieben bis zehn parallelgeschalteten Probegebern, gekoppelt. Die Reaktionsrohre sind in einem Strahlungssofen angeordnet. Mindestens drei der sieben bis zehn Reaktionsrohre enthalten ein Thermoelement. Die Thermoelemente sind über einen rotierenden Abgreifer mit dem Sollwertgeber der Temperatursteuerung des Strahlungssofens zeitweise verbunden.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Katalysatoraktivitätsbestimmung in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen mit Integralströmungsreaktoren im Temperaturbereich von 293 bis 993 K nach vorhergehender Katalysatoraktivierung, dadurch gekennzeichnet, daß sieben bis zehn parallelgeschaltete Reaktionsrohre, die in einem Strahlungssofen beheizt werden, mit 0,05 bis 3 g der verschiedenen Katalysatorproben beschickt werden, die Gasströmungsgeschwindigkeiten von 2 bis 30 l/h in den Reaktionsrohren mit parallelgeschalteten Drosseln eingestellt werden, das umzusetzende Substrat in die zentrale, zu den Strömungsreglern führende, gereinigte Gasströmung zudosiert wird, die Probenahme mittels der an den Reaktionsrohrausgängen gekoppelten Probegeber eines Probegebersystems gleichzeitig vorgenommen wird, die Proben nacheinander dem Gaschromatographen zudosiert werden und die Temperatursteuerung des Strahlungssofens über in den Katalysatorschüttungen von mindestens drei Reaktionsrohren angeordneten Thermoelementen erfolgt, indem die Spannungen der Thermoelemente der Reaktionsrohre nacheinander mittels rotierender Abgreifer dem Sollwertgeber der Temperatursteuerung des Strahlungssofens zugeleitet werden, wobei die Übertragungszeit für jedes Thermoelement 1,5 bis 4 sec beträgt.
2. Anordnung zur Katalysatoraktivitätsbestimmung, dadurch gekennzeichnet, daß sieben bis zehn Reaktionsrohre parallel geschaltet sind, vor jedem Reaktionsrohreingang eine Drossel angeordnet ist, in die zu den parallel geschalteten Drosseln führende zentrale Gasversorgungsleitung eine Substratdosierstelle mit nachfolgendem Mischgefäß eingebunden ist, jeder Reaktionsrohrausgang mit einem Probegeber eines Probegebersystems für den Gaschromatographen, bestehend aus sieben bis zehn parallelgeschalteten Probegebern, gekoppelt ist, die Reaktionsrohre in einem Strahlungssofen angeordnet sind und daß in mindestens drei der sieben bis zehn Reaktionsrohre ein Thermoelement hineinragt und die Thermoelemente über einen rotierenden Abgreifer mit dem Sollwertgeber der Temperatursteuerung des Strahlungssofens zeitweise verbunden sind.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Anordnung zur Bestimmung der katalytischen Wirksamkeit von Versuchskatalysatoren und technischen Katalysatoren zum Zwecke der Qualitätskontrolle und für die Vorbereitung des Einsatzes der Katalysatoren in Produktionsanlagen mit geringen Wärmetönungen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist schon seit langem bekannt, daß die katalytische Wirksamkeit von Katalysatoren mittels Mikroreakorteknik in Laboratorien und Technika geprüft wird. Dabei sind in zahlreichen Fällen die Mikroreaktoren mit Gaschromatographen gekoppelt, mit denen eine Analyse der Reaktionsprodukte vorgenommen wird. Über den Einsatz einer solchen Mikroreakorteknik berichtete bereits E. BAYER (Angew. Chemie 69, 732 [1957]). Diese Methode ist durch die US-Patentschrift 2 905 539 bekannt. Bei den katalytischen Untersuchungen wird die Wirksamkeit der Katalysatoren in Abhängigkeit von der Temperatur, des Druckes, der Gaszusammensetzung und anderen Untersuchungsparametern geprüft. Es ist ferner bekannt, daß für viele heterogen-katalysierte Reaktionen im technischen Maßstab Mehrrohrreaktoren eingesetzt werden. Dabei treten die Reaktionskomponenten gasförmig an einem Ende des Mehrrohrreaktors ein und durchströmen die einzelnen Rohre, in denen der Katalysator angeordnet ist. Hierbei wandeln sich die Ausgangsstoffe um und die gasförmigen Reaktionsprodukte treten an den Reaktorausgängen aus und verlassen gesammelt die Reaktoranlage.

Die BRD-OS 2 714 939 nutzt einen technischen Mehrrohrreaktor zur Überprüfung der katalytischen Wirksamkeit von Katalysatoren aus, indem ein Rohr mit Versuchskatalysator gefüllt wird, das aus diesem Rohr austretende gasförmige Reaktionsprodukt aufgefangen und analysiert wird. Für die Lösung von Suchforschungsproblemen sowie für die Qualitätskontrolle von technischen Katalysatoren ist diese Methode nur bedingt einsetzbar, da der Katalysatorprobenaufwand sehr groß ist und eine exakte Temperaturführung nicht möglich ist. Zudem besitzt diese Methode, wie auch die herkömmlichen Prüfeinrichtungen den Nachteil, daß der Aufwand an Zeit, Material und Energie relativ hoch liegt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren und eine Anordnung zur Bestimmung der katalytischen Aktivität von Katalysatoren in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen zum Zwecke der Qualitätskontrolle und für die Vorbereitung des Katalysatoreinsatzes in Produktionsanlagen mit einem geringen Kostenaufwand.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Anordnung zur Bestimmung der Wirksamkeit von Katalysatoren in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen zu entwickeln, die es gestatten, mit einem möglichst geringen Zeit-, Energie- und Materialaufwand zuverlässige und aussagekräftige Kenngrößen für die katalytische Aktivität von Versuchs- und technischen Katalysatoren zu erhalten.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Katalysatoraktivitätsbestimmung in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen mit Integralströmungsreaktoren im Temperaturbereich von 293 bis 993 K nach vorhergehender Katalysatoraktivierung gelöst, indem erfindungsgemäß sieben bis zehn parallel geschaltete Reaktionsrohre, die in einem Strahlungssofen beheizt werden, mit 0,05 bis 3 g der verschiedenen Katalysatorproben beschickt werden, die Gasströmungsgeschwindigkeiten von 2 bis 30 l/h in den Reaktionsrohren mit parallel geschalteten Drosseln eingestellt werden, das umzusetzende Substrat in die zentrale, zu den Strömungsreglern führende, gereinigte Gasströmung zudosiert wird, die Probenahme mittels der an den Reaktionsrohrausgängen gekoppelten Probegeber eines Probegebersystems gleichzeitig vorgenommen wird, die Proben nacheinander dem Gaschromatographen zudosiert werden und die Temperatursteuerung des Strahlungssofens über in den Katalysatorschüttungen von mindestens drei Reaktionsrohren angeordneten Thermoelementen erfolgt, indem die Spannungen der Reaktionsrohre nacheinander mittels rotierender Abgreifer dem Sollwertgeber der Temperatursteuerung des Strahlungssofens zugeleitet werden, wobei die Übertragungszeit für jedes Thermoelement 1,5 bis 4 sec. beträgt. Diese Aufgabe wird weiterhin durch eine Anordnung zur Katalysatoraktivitätsbestimmung erfindungsgemäß gelöst, indem sieben bis zehn Reaktionsrohre parallel geschaltet sind, vor jedem Reaktionsrohreingang eine Drossel angeordnet ist, in die zu den parallel geschalteten Drosseln führende zentrale Gasversorgungsleitung eine Substratdosierstelle mit nachfolgendem Mischgefäß eingebunden ist, jeder Reaktionsrohrausgang mit einem Probegeber eines Probegebersystems für den Gaschromatographen, bestehend aus sieben bis zehn parallel geschalteten Probegebern, gekoppelt ist, die Reaktionsrohre in einem Strahlungssofen angeordnet sind und daß in mindestens drei der sieben bis zehn Reaktionsrohre ein Thermoelement hineinragt und die Thermoelemente über einen rotierenden Abgreifer mit dem

Sollwertgeber der Temperaturstuerung des Strahlungssofens zeitweise verbunden sind. Überraschenderweise wurde gefunden, daß die kurzzeitige nacheinanderfolgende Temperaturstuerung von mindestens drei der sieben bis zehn Reaktoren zu einer solchen Temperaturkonstanz führt, daß mit der erfindungsgemäßen Anordnung reproduzierbare katalytische Kenndaten bei der Prüfung der Katalysatoren in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen erhalten werden.

Wesentlich für die Erfindung ist, daß die Strömungsgeschwindigkeit in jedem einzelnen Reaktionsrohr getrennt eingestellt werden kann. Ferner ist für die erfolgreiche Anwendung der erfindungsgemäßen Anordnung wesentlich, daß jeder Reaktorausgang der sieben bis zehn Reaktoren mit jeweils einem Probegeber verbunden ist, wobei die Probegeber untereinander und mit dem Gaschromatographen so gekoppelt sind, daß die Probenahme gleichzeitig und die Dosierung in den Gaschromatographen nacheinander erfolgen kann. Zudem ist von großer Wichtigkeit, daß als Ofen ein Strahlungssofen eingesetzt wird. Das Prinzip der Versuchsanordnung kann sowohl für katalytische Untersuchungen unter Normaldruck als auch für Untersuchungen unter erhöhtem Druck genutzt werden. Die Gasumstellungen sowie die Probendosiervorgänge können manuell bzw. automatisch vorgenommen werden. In der bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anordnung erfolgen die Gasumstellungen und Dosiervorgänge automatisch. Mit dem Auslösen des Dosiervorganges wird eine mikrorechnergestützte Auswerteeinheit zur Ermittlung der quantitativen Zusammensetzung der Reaktionsprodukte in Betrieb genommen. Die Erfindung soll anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

Ausführungsbeispiel

Die acht einzelnen Reaktoren der Mehrfachreaktoranlage werden mit den chlorierten $\text{Pt-Al}_2\text{O}_3$ -Versuchskatalysatoren A, B, C, D, E, F, G und H beschickt, wobei die Katalysatoreinwaage 250 mg beträgt. Die Katalysatoren werden unter Wasserstoffströmung in einem Strahlungssofen temperaturprogrammiert auf 300°C hochgeheizt und 1 h bei dieser Temperatur ausgeheizt. Anschließend wird bei dieser Temperatur durch die Katalysatorschicht ein n-Hexan-Wasserstoffgemisch geleitet. Die Katalysatorbelastung beträgt 1,1 g n-Hexan/g Kat h bei einem H_2 -n-Hexan-Molverhältnis von 12:1. Die Herstellung dieses Gemisches erfolgt durch Einspritzen von n-Hexan mit einer Mikrodosiervorrichtung in die zentrale Wasserstoffleitung. Der Einspritzstelle ist ein Mischgefäß nachgeschaltet. Der Ausgang des Mischgefäßes führt zu einem Gasverteiler, an dem acht durchflußgeregelte Drosseln angeschlossen sind. Der Gasdruck in den Leitungen bis zu den Drosseln beträgt 0,2 MPa. Mit den durchflußgeregelten Drosseln sind über Tauchungen die acht Reaktoren verbunden. Zur Messung und Steuerung der Temperatur in den Reaktoren ragt jeweils in die Katalysatorschicht der Reaktoren 1, 3, 5 und 7 ein Thermoelement. Die Temperaturstuerung der Reaktoren erfolgt derart, daß die Thermospannungen der Thermoelemente der vier Reaktoren über einen rotierenden Abgreifer dem Sollwertgeber der Temperaturstuerung des Strahlungssofens zugeführt werden, wobei die Meßzeit für jedes Thermoelement 2 sec beträgt. Nach einer Reaktionszeit von 60 min wird mit dem Probegebersystem eine gleichzeitige Probenahme an den acht Reaktorausgängen vorgenommen. Anschließend werden die Proben automatisch nacheinander dem Gaschromatographen zur Analyse der Reaktionsprodukte zugeführt.

In der Tabelle 1 sind die Ergebnisse dargestellt.

Tabelle 1

Katalytische Kenndaten der nach dem Ausführungsbeispiel charakterisierten $\text{Pt-Al}_2\text{O}_3$ -Katalysatoren

Katalysator	n-Hexan-Umsatz in Mol-%	Selektivität der 2,2-Dimethylbutanbildung in Mol-%
A	$22,4 \pm 0,5$	$6,0 \pm 0,3$
B	$38,9 \pm 0,8$	$12,5 \pm 0,4$
C	$36,2 \pm 0,9$	$11,8 \pm 0,2$
D	$44,5 \pm 1,6$	$15,7 \pm 0,4$
E	$18,6 \pm 0,6$	$8,4 \pm 0,3$
F	$36,9 \pm 1,1$	$12,8 \pm 0,6$
G	$28,5 \pm 0,3$	$10,4 \pm 0,3$
H	$31,2 \pm 0,4$	$10,9 \pm 0,5$

Die Ergebnisse lassen erkennen, daß mit der erfindungsgemäßen Anordnung in kurzer Zeit und mit geringem Kostenaufwand zuverlässige Daten erhalten werden.

THIS PAGE BLANK (USPTO)